

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-302486

(43)公開日 平成6年(1994)10月28日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 L 21/02	B			
B 0 1 J 19/00	D	8822-4G		
19/08	E	8822-4G		
B 2 3 K 20/00	3 5 0	9264-4E		
C 0 4 B 37/00	Z			

審査請求 未請求 請求項の数18 F D (全 11 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平5-287648

(22)出願日 平成5年(1993)10月22日

(31)優先権主張番号 特願平5-51555

(32)優先日 平5(1993)2月16日

(33)優先権主張国 日本 (J P)

(71)出願人 000004260

日本電装株式会社

愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地

(72)発明者 永久保 雅夫

愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 日本電装株式会社内

(72)発明者 藤野 誠二

愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 日本電装株式会社内

(72)発明者 千田 厚慈

愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 日本電装株式会社内

(74)代理人 弁理士 藤谷 修

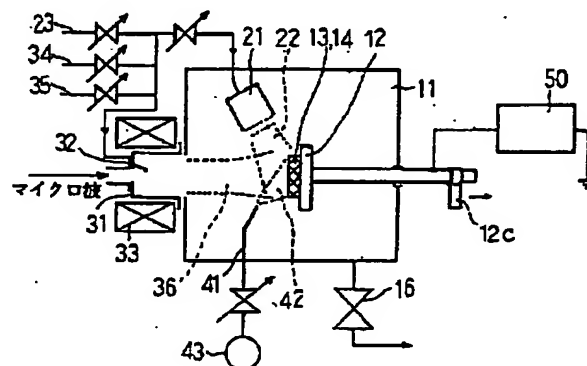
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 2つの材料の直接接合方法及び材料直接接合装置

## (57)【要約】

【目的】酸素に対して親和性を有する全ての材料間（異種含む）で、一方の表面に化学吸着させた水酸基と他方の表面の酸素原子との直接の水素結合を用いて、常温・低加圧力で信頼性の高い直接接合を実現する。

【構成】真空槽11中で被接合材料13・14は密着機構を有した接合ホルダー12に固定され、真空槽上部のイオン源21で低エネルギーイオンエッチングによってその表面が清浄化される。その後、純水ボトル43からの水蒸気を水分子噴射ノズル41先端から水分子ビーム42の形で被接合材料表面に照射し、水酸基、水分子を表面に多数化学吸着させる。次にプラズマ生成源31から発生させたプラズマビーム36或いはマイクロ波を被接合材料表面に照射してそのエネルギーによって水分子のみを脱離させ、OH基を残留吸着させた状態で接合ホルダー12を操作して接合面を密着させ、2つの材料どうしを直接接合する。



1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 一種類以上の2つの材料を直接接合する方法において、

お互いに密着しあう面形状をした2つの被接合材料の表面を真空雰囲気中で清浄化する清浄化工程と、

清浄化された後に、真空雰囲気中で少なくとも一つの前記被接合材料の表面に水酸基（OH基）を化学的に吸着させて表面を活性化する水酸基吸着工程と、

前記水酸基吸着工程後、複数の前記被接合材料の表面どうしを密着させ、一方の被接合材料表面の水酸基と他方の被接合材料の表面の酸素原子との間で直接水素結合せしめる接合工程とを備えることを特徴とする2つの材料の直接接合方法。

【請求項2】 前記請求項1の方法において、前記清浄化工程は、

イオンエッチングかスバッタエッチングのいずれかの方法によることを特徴とする2つの材料の直接接合方法。

【請求項3】 前記請求項1において、前記水酸基吸着工程は、

真空雰囲気中で前記被接合材料表面に水分子を吹き付けて水分子と水酸基を吸着させる水分子噴射工程と、

前記水分子噴射工程の後に、前記水分子を除去する程度のエネルギーを被接合材料表面に与えて、吸着した表面の水分子を除去し、水酸基のみを残留させる水分子除去工程とを備えることを特徴とする2つの材料の直接接合方法。

【請求項4】 前記請求項3において、前記水分子除去工程で水分子を除去するとき、前記被接合材料の表面にプラズマビームとマイクロ波とのいずれかのエネルギーを照射することを特徴とする2つの材料の直接接合方法。

【請求項5】 前記請求項3において、前記水分子除去工程で水分子を除去するとき、前記被接合材料に高周波、あるいは直流電圧等を印加して、その電磁界の影響によって被接合材料の表面から水分子を分解除去し、水酸基のみを残留させることを特徴とする2つの材料の直接接合方法。

【請求項6】 前記請求項1において、前記水酸基吸着工程は、プラズマ生成中の不活性ガスに加えて、少なくとも一種、水素の反応性ガスを導入して、該ガスのイオンからなるプラズマビームを生成し、前記プラズマビームを被接合材料表面に照射して被接合材料表面に水酸基を吸着させることを特徴とする材料の直接接合方法。

【請求項7】 前記請求項1において、前記水酸基吸着工程は、

水分子に高周波あるいは直流電圧を印加し、その発生する電磁界によって、あるいはその電磁界により生成されたプラズマエネルギーによって水分子を水酸基に分解し、水酸基の形で被接合材料表面に噴射して水酸基を吸着させることを特徴とする2つの材料の直接接合方法。

2

【請求項8】 前記請求項1において、前記水酸基吸着工程と接合工程は、真空雰囲気中で被接合材料表面に水分子を吹き付けて、一旦水分子を被接合材料表面に吸着させた後、2つの被接合材料の表面どうしを、水分子を介して密着させた状態で、被接合材料に高周波あるいは直流電圧等を印加して、その電磁界の影響によって被接合材料の表面から水分子を除去して、被接合材料を接合させることを特徴とする2つの材料の直接接合方法。

【請求項9】 一種類以上の2つの材料を直接接合する装置において、

真空槽と、

前記真空槽内で、2つの被接合材料の接合表面を暴露して保持し、操作により前記被接合材料の接合表面を密着させる保持・密着手段と、

前記真空槽内で前記被接合材料の接合表面に水酸基を吸着させる水酸基吸着手段と、

前記保持・密着手段に保持された2つの被接合材料の表面を、操作により前記真空槽内で密着させる操作手段とを備えることを特徴とする材料直接接合装置。

【請求項10】 前記請求項9において、前記水酸基吸着手段は、

前記被接合材料の表面に、水分子を吹き付ける水分子噴射手段と、

前記被接合材料の表面の水分子を除去すべく、被接合材料表面にマイクロ波によって生成される不活性ガスのプラズマビームを照射する水分子除去手段とを備えることを特徴とする材料直接接合装置。

【請求項11】 前記請求項9において、前記水酸基吸着手段は、

前記被接合材料の表面に、不活性ガスのプラズマビームを照射するプラズマ生成手段と、

少なくとも一種、水素の反応性ガスを前記不活性ガスに加えて前記プラズマ生成手段に導入して、該ガスのイオンからなるプラズマビームを生成する反応性ガス導入手段とを備えることを特徴とする材料直接接合装置。

【請求項12】 前記請求項9において、前記水酸基吸着手段は、

前記被接合材料の表面に、水分子を吹き付ける水分子噴射手段と、

前記水分子噴射手段に高周波あるいは直流電圧を印加し、その発生する電磁界によって、あるいはその電磁界により生成されたプラズマエネルギーによって水分子を水酸基に分解し、前記水分子噴射手段の噴射口から水酸基の形で被接合材料表面に噴射する水酸基化手段とを備えることを特徴とする材料直接接合装置。

【請求項13】 前記請求項9において、前記水酸基吸着手段は、

前記被接合材料の表面に、水分子を吹き付ける水噴射手段と、

前記保持・密着手段を介して、被接合材料に高周波ある

3

いは直流電圧等を印加して、その電磁界の影響によって被接合材料の表面から水分子を分解除去する水分子分解手段とを備えることを特徴とする材料直接接合装置。

【請求項14】 前記請求項1において、複数の前記被接合材料は、接合面が予め鏡面研磨された材料であることを特徴とする2つの材料の直接接合方法。

【請求項15】 前記請求項1において、複数の前記被接合材料は、接合面がほとんど塑性変形を受けずに二つに分離され、お互いに密着しあう面形状であることを特徴とする2つの材料の直接接合方法。

【請求項16】 前記請求項1の方法において、前記水酸基吸着工程は、ガス導入部に水蒸気を導入してイオン化し、前記被接合材料表面に吹きつけて、水酸基を吸着させる工程であることを特徴とする2つの材料の直接接合方法。

【請求項17】 前記請求項9において、前記水酸基吸着手段は、ガス導入部に、水蒸気を導入する純水タンクを設け、水蒸気をイオン化させて被接合材料表面に吹きつけ、水酸基を吸着させる手段であることを特徴とする材料直接接合装置。

【請求項18】 前記請求項1の方法において、前記接合工程は、水酸基吸着工程後、大気中にて、接合治具により、前記被接合材料を密着させ、加熱処理槽中で一定時間かつ所定温度で加熱保持して、接合界面の水分子を除去する工程であることを特徴とする2つの材料の直接接合方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、2つの材料を真空雰囲気中で直接接合する2つの材料の直接接合方法及びその接合装置に関する。特に本発明は、一方の被接合材料表面に吸着（化学的に吸着）された水酸基と、他方の被接合材料表面の酸素原子との直接の水素結合を用いて、2つの材料を強固に直接接合するものである。その主な特徴としては、真空雰囲気中で常温・低加圧、しかも非加熱で接合できるので異種の被接合材料にも適用できる。具体的な用途として、熱的、機械的に脆弱な機能部品、例えば微小センサーやICチップなどの高精度な接合に適用できる。

【0002】 また本件発明の対象となる被接合材料は、酸素に対して親和性を有するすべての材料に有効であり、金等の特定の元素を除くほとんどの金属（アルミニウム、チタン、タンタル、鉄など）、半導体（シリコンなど）、さらには有機の高分子材料、セラミックなどにも有効である。

【0003】

【従来の技術】 従来、Siウエハ直接接合に関連する技術としては、例えば特開平2-46722号公報、特公

4

昭62-27040号公報、特開昭62-122148号公報、特開昭48-40372号公報がある。図10に、従来の接合工程を概略的なモデルで示す。この方法では、予めSiウエハを互いに鏡面研磨し、硫酸、過酸化水混合液に浸漬してその表面を親水化处理（水酸基吸着）し、図10-a)に示すように、このウエハどうしを常温において水分子を介した状態で表面を密着させ、図10-b), c), d)に示すように、その後の高温熱処理で表面の水を脱離させて水素共有結合を形成し、接合する。

【0004】 ところが、この方法では高温熱処理時に、300℃以上、また1000℃以上の熱処理が必要になる。このため、異なる熱膨張係数の材料どうしの接合に従来の方法を適用すると、膨張係数の違いにより、2つの材料が良好に接合ができないという問題点があった。また上記親水化处理は、水溶液中で実施されるウェットプロセスであるために、真空槽内で実施されるドライプロセスとは連続的に実施できないという問題点があった。

【0005】 一方、これと全く同様のプロセス（ウェットプロセスでの平坦化、親水化）で異種材料間の常温接合の可能性を検討した従来例が、例えば「DIVERSITY AND INTERFACIAL PHENOMENA IN DIRECT BONDING (J. Haisma, G. A. C. M. Spierings; Proceedings of the 1. International Symposium on Semiconductor Wafer Bonding, Sci.-Tech. and Appl. (1992) P.18)」などで知られている。これは、鏡面研磨したシリカガラス(SiO<sub>2</sub>)と、Siウエハ上に成膜した材料（タンタルTa、チタンTi、銅Cu、タングステンW等）とを水分子を介して接合した例である。なおこのとき、各材料の熱膨張係数が異なるため熱処理は実施しない。ところがこの場合、接合の可否には材料依存性がきわめて顕著（例えばタングステンWは接合不可、銅Cuは加圧すれば可等）であるという問題がある。その原因は不明であり、また強度的信頼性にも問題があり、バルク材料間の接合に応用できるような実用的なものでないという問題点があった。

【0006】 また、異種材料間の常温接合技術としては、例えば NIKKEI NEW MATERIALS (1992年4月14日号 P74-P75)が知られている。この方法は、真空雰囲気中で接合すべき被接合材料の表面を、アルゴンなどの不活性ガス的高速中性原子ビームで照射し、表面の不純物層を除去して表面を活性化する。表面を活性化したこの金属の上に被接合材料のセラミックを載せて、10-20MPa程度の圧力を加えて接合すると記載されている。ところがこの方法によると、圧接時の圧力が10-20MPa程度と高いこと、また接合界面に5-10nmのアモルファス層が形成されているため電気的な特性が接合面近傍において変化するなど、工業的に利用するには問題があった。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 そこで、本発明は従来

の問題に鑑みて、2つの材料を直接接合するに際し、真空雰囲気中で常温・低加圧力、しかも非加熱で接合できる2つの材料の直接接合方法及びその接合装置を提供することにある。

【0008】本発明者らは、従来方法、つまり水分子を介在させた水素結合による接合方法について検討した。従来方法は、図10-a)に示すようにSiウエハの間に介在する水分子層の水素結合ネットワークによって保持されていると考えられる。この場合接合面に対して垂直方向への単純な引っ張り力に対しては水素結合強度に基づいて十分な強度を持つと考えられる。ところが、基本的に界面の水分子層の水素結合は絶えず変化しており、水分子は一箇所に固定されていない。それゆえ界面に沿ったずれ方向の力に対してはきわめて結合が弱く、現実的な接合方法とはなり得ない。

【0009】また、この従来方法は、図10-b)に示すように、200℃以上で接合界面から水分子が脱離した後、一方表面の水酸基(OH基)が対面の特定のOH基とのみ二重に水素結合を形成する、とされるモデルが提唱されていた。ところがこのモデルにおいては、水酸基間の結合に自由度(フレキシビリティ)が非常に小さくなるため、異種材料間の接合時には、水酸基の分布間隔が異なり、接合が難しいと考えられる。

【0010】そこで本発明者らは新しいモデルをここで提唱し、図3に基づいてそのモデルを簡単に説明する。即ち、図3-a)に示すように、被接合材料の表面にアルゴンなどの不活性ガスイオンを照射して表面に付着した不純物原子を除去すると、被接合材料の表面は清浄化されて、ダングリングボンドが生成されて活性化する。次に、図3-b)に示すように、真空雰囲気中で被接合材料の表面に水酸基(OH基)及び水分子を吸着させる。その後、図3-c)に示すように、水分子を除去して水酸基のみを被接合材料の表面に残留吸着させる。そして、2つの被接合材料の接合表面を密着させると、図3-d)に示すように、下方の被接合材料に吸着した水酸基の水素と上方の被接合材料の表面の酸素(水酸基の酸素、または酸化物の酸素)とが水素結合して、被接合材料どうしが接合表面で強固に接合する。

【0011】このモデルでは、金属・半導体等の異種の被接合材料(バルク)間で、表面が十分お互いに密着しあう面形状で、水酸基を化学吸着させることができれば、接合界面において水分子を介しないでも強固に接合するというものである。本発明者らは、被接合材料に水酸基を吸着させれば、一方の被接合材料の表面の水酸基と他方の被接合材料表面の酸素原子との間で、水酸基(O-H)、酸素(O)の二重でない水素結合が常温で可能であり、またその方が十分強い結合力を発揮することを新たに発見した。これによると水素結合は被接合材料の表面に固定され、その自由度は固体中の結合と同等と見なせるから実用的強度として十分な値を保持する

ことができる。

【0012】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために本発明の方法は、真空雰囲気中で、お互いに密着しあう面形状をした複数の被接合材料の接合表面を清浄化した後、表面に水酸基(OH基)を化学吸着させ、その後、被接合材料の接合表面を密着して、一方の被接合材料表面の水酸基と他方の被接合材料表面の酸素原子との間の水素結合を利用して直接接合することを特徴とする。(請求項1、請求項2)

【0013】この場合、水酸基吸着工程は、真空雰囲気中で前記被接合材料表面に水分子を吹き付けて水分子と水酸基を吸着させる水分子噴射工程と、前記水分子噴射工程の後に、前記水分子を除去する程度のエネルギーを被接合材料表面に与えて、吸着した表面の水分子を除去し、水酸基のみを残留させる水分子除去工程とから構成してもよい。(請求項3、請求項4)

【0014】また、水分子除去工程での水分子を除去するとき、被接合材料に高周波あるいは直流電圧等を印加して、その電磁界の影響によって被接合材料の表面から水分子を分解除去し、水酸基のみを残留させてもよい。

(請求項5)

【0015】また、水酸基吸着工程は、プラズマ生成中の不活性ガスに加えて、少なくとも一種、水素の反応性ガスを導入して、これらのイオンからなるプラズマビームを生成し、このプラズマビームを被接合材料表面に照射して被接合材料表面原子に水酸基を吸着させてもよい(請求項6)。あるいは、ガス導入部であるイオン源に水蒸気を導入してイオン化し、前記被接合材料表面に吹きつけて水酸基を吸着させてもよい(請求項16)。

【0016】また、水酸基吸着工程は、水分子に、高周波あるいは直流電圧を印加し、それにより発生する電磁界、あるいはその電磁界により生成されたプラズマエネルギーによって水分子を水酸基に分解し、水酸基の形で被接合材料表面に噴射して水酸基を吸着させてもよい。

(請求項7)

【0017】あるいは、水酸基吸着工程と接合工程は、真空雰囲気中で被接合材料表面に水分子を吹き付けて、一旦水分子を被接合材料表面に吸着させた後、水分子を介して2つの被接合材料の表面を密着させた状態で、被接合材料に高周波あるいは直流電圧等を印加して、その電磁界の影響によって被接合材料の表面から水分子を除去して被接合材料を接合させてもよい。(請求項8)

【0018】本発明の装置は、真空槽と、前記真空槽内で2つの被接合材料の表面を暴露(露出)して保持し、操作により前記被接合材料の表面を密着させる保持・密着手段と、前記真空槽内で前記被接合材料の表面に水酸基を吸着させる水酸基吸着手段と、前記保持・密着手段に保持された2つの被接合材料の表面を操作により前記真空槽内で密着させる操作手段とを備えることを特徴と

7

する。(請求項9)

【0019】この場合、前記水酸基吸着手段は、前記被接合材料の表面に水分子を吹き付ける水分子噴射手段と、前記被接合材料の表面の水分子を除去すべく、被接合材料表面にマイクロ波によって生成されるプラズマビームを照射する水分子除去手段とから構成してもよい。

(請求項10)

【0020】また、前記水酸基吸着手段は、前記被接合材料の表面に不活性ガスのプラズマビームを照射するプラズマ生成手段と、少なくとも一種、水素の反応性ガスを前記不活性ガスに加えて前記プラズマ生成手段に導入して、これらのイオンからなるプラズマビームを生成する反応性ガス導入手段とから構成してもよい(請求項11)。さらに、前記水酸基吸着手段としては、ガス導入部であるイオン源に直接水蒸気を導入するタンクを備えて、イオン源からイオン化した水蒸気を被接合材料表面に吹きつける構造としてもよい(請求項18)。

【0021】また、前記水酸基吸着手段は、前記被接合材料の表面に水分子を吹き付ける水分子噴射手段と、前記水分子噴射手段に高周波あるいは直流電圧を印加し、その発生する電磁界によって、あるいはその電磁界により生成されたプラズマエネルギーによって水分子を水酸基に分解し、前記水分子噴射手段の噴射口から水酸基の形で被接合材料表面に噴射する水酸化手段とから構成してもよい。(請求項12)

【0022】また、前記水酸基吸着手段は、前記被接合材料の表面に水分子を吹き付ける水分子噴射手段と、前記保持・密着手段を介して被接合材料に高周波あるいは直流電圧等を印加して、その電磁界の影響によって被接合材料の表面から水分子を分解除去する水分子分解手段とから構成してもよい。(請求項13)

【0023】

【作用】上記方法および装置によれば、清浄化工程で被接合材料の表面に、例えばアルゴンなどの不活性ガスイオンを照射して表面に付着した不純物原子を除去すると、被接合材料の表面は清浄化されダングリングボンドが生成されて活性化する。次に、水酸基吸着工程で、真空雰囲気中で被接合材料の表面に水酸基(OH基)を残留吸着させる。次に2つの被接合材料を密着させると、一方の被接合材料に吸着した水酸基の水素と他方の被接合材料の表面の酸素(水酸基の酸素、または酸化物の酸素)とが水素結合して、被接合材料どうしが強固に接合する。

【0024】このように、水酸基を被接合材料の表面に吸着させることで、接合界面での水酸基、酸素による水素結合のボンド密度を増大させ、常温・低加圧力でも信頼性の高い接合を容易に実現することができる。

【0025】

【実施例】

(第一実施例) 以下、本発明の第一実施例を図1および

8

図2に基づいて説明する。また、図3には本発明の接合原理の概念図を示す。まず図1に基づいて装置の構成を説明する。真空槽11は、真空排気口16から真空ポンプ等によって $10^{-4}$ Pa程度まで排気される。また、真空槽11内の右側部分には接合ホルダー12(保持・密着手段)が設けられている。接合ホルダー12は、図2に示すようにアーム部12Aとジョイント部12Bとから構成される。このアーム部12Aは、予め鏡面研磨した被接合材料13・14の接合面を暴露して(露出して)保持可能で、ジョイント部12Bはアーム部12Aが回動可能に連結されて、回動時には被接合材料13・14の接合表面が平行に密着できるように構成されている。この回動操作は、真空槽11の外部からの操作レバー12Cを介して行われる(操作手段)。また、接合面に印加する荷重量もレバー12Cにより制御可能である。また、真空槽11の上部には、イオン源21が設けられており、これは被接合材料13・14の接合表面をイオンエッチングによって清浄化するために用いられる。イオン源21には、不活性ガス供給手段23からアルゴンなどの不活性ガスが導入される。

【0026】さて、このイオン源21を作動させることにより、不活性ガスはイオン化され所定のエネルギーを持ったイオンビーム22として被接合材料13・14の表面に照射される。このときのイオンエネルギーは、接合面の平滑度を損なうことのない程度、例えば100~200eV程度の低エネルギーに設定し、またエッチング量(照射時間)も被接合材料13・14の表面約10nm程度が除去される程度のエッチング時間に設定される。(清浄化工程)

【0027】被接合材料13・14の表面を清浄化する方法としては、上記以外に例えば、スパッタエッチングでもよい。このときは、被接合材料13・14に外部からバイアス電源50によって直流電力あるいは高周波電力を供給し、被接合材料13・14を陰極としてスパッタエッチングを行う。

【0028】次に、水酸基を被接合材料13・14表面に化学的に吸着させる手段(水酸基吸着手段)について説明する。真空槽11内の下方には水分子噴射ノズル41が設けられ、ノズル41の先端は接合ホルダー12に保持された被接合材料13・14の各々の鏡面研磨された接合表面に向いて設置されている(水噴射手段)。図2に示すように水分子噴射ノズル41は、真空槽11の外部に設けられた純水ボトル43に接続され、純水ボトル43からの水蒸気が導入される。よって、被接合材料13・14の各接合表面は、水分子噴射ノズル41の先端から水蒸気としての水分子ビーム42が噴射される。尚、純水ボトル43からの水蒸気は、大気圧と真空槽11の圧力との差により、生成され導入される。(水分子噴射工程)

【0029】図1の真空層11の左側部分には、水分子除去手段としてのECR(電子サイクロトロン共鳴)型

のプラズマ生成源31が設けられている。このECR型のプラズマ生成源31は、真空槽11に連通する電離室32と、この電離室32内に磁界を加える電磁コイル33を備え、マグネトロン(図示せず)で発生したマイクロ波を、導波管を通して電離室32内に導入される。

【0030】一方この電離室32には、放電ガスとしてのアルゴンガスを供給する不活性ガス供給装置23と、水素、酸素などの反応性ガスを供給する反応性ガス供給装置34、35(反応性ガス導入手段)とが接続されていて、それぞれガスが供給することが可能である。この状態10で電離室32内の混合ガスはマイクロ波放電励起によって電離されプラズマが発生する。この場合、電離室32内に導入されるマイクロ波の周波数は、電磁コイル33による磁界で決まる電子のサイクロトロン共鳴周波数に一致している。これにより、ガス分子の電子が共鳴的に加速されることで、ガス分子が励起・電離されてプラズマ化されるものである。このようにして、電離室32内で生成されたプラズマは電離室32の開口部から真空槽11内の被接合材料13・14に向かってプラズマビーム36として放出される。このプラズマのエネルギーは、プラズマビーム36によって被接合材料の温度を上昇させることなく、かつ被接合材料13・14表面の水分子が除去される程度(約10eV)に設定されている。

(水分子除去工程)

【0031】また、プラズマ生成源31は水分子除去手段としてのみではなく、水酸基吸着手段の一部としても機能させることができる。このときは、電離室32内に導入するガスとして、不活性ガスの他に酸素や水素などの反応性ガスを反応性ガス供給手段34、35から導入する。するとプラズマビーム36中に活性な酸素イオンや水素イオンが含まれるために、このプラズマビーム照射によって被接合材料13・14表面には、水分子噴射ノズル41からの噴射によって吸着した水酸基に加えて新たに水酸基吸着を行なうことも可能となり、より一層高密度に水酸基を吸着させることができる。また、この反応性ガスプラズマ照射による水酸基付加効果を高めることで、水分子噴射工程を省略してもよい。この場合には、水分子噴射工程を省略することにより、真空槽や接合試料の水分子による汚染は全く無視でき、クリーンな状態で接合を実施することも可能となる。

【0032】また、水分子除去手段としては、図示しないマグネトロンも利用できる。この場合には、マイクロ波を被接合材料13・14に直接印加し、水分子を除去する。このときはプラズマ生成源31においてプラズマを発生させず、プラズマ生成源を通してマイクロ波のみを真空槽11中に導入する。すると、被接合材料13・14表面に吸着している水分子がマイクロ波によって生じた振動電場によって激しく振動せられ、結果として水分子のみを被接合材料13・14表面から除去し水酸基のみを残留させる。これは、水分子が極性分子であることに起因

し、かつそれを利用したものである。

【0033】次に、上記装置を用いて、被接合材料13・14を接合する方法について、概念図(図3)とともに説明する。まず予め、被接合材料13・14としてのアルミ(Al)、シリコン(Si)の接合表面を鏡面研磨する。そして図1、2に示すように、被接合材料13・14の接合面が暴露(露出)するようにして、真空槽11内の接合ホルダー12に保持する。次に、被接合材料13・14の接合表面の清浄化工程を行う。つまりイオン源21を作動させると、不活性ガスはイオン化され所定のエネルギーを持ったイオンビーム22として被接合材料13・14の表面にイオン照射される。このイオン照射により被接合材料13・14の表層約10nm程度が除去される、接合面の清浄化が行われる。この工程で被接合材料13・14の表面には、図3-a)に示すように多くのダングリングボンドが発生する。ただし、これらのダングリングボンドは極めて活性であるからそのまま放置すると、たとえ真空槽11を高真空中に維持しても、真空槽11中に残留している酸素や炭素、炭化水素等の不純物が表面に化学吸着して表面を不活性化してしまう。そこで、上記清浄化の工程が完全に終了してしまう前に次に示す水酸基吸着工程を開始する。

【0034】水酸基吸着工程では、真空槽11内の水分子噴射ノズル41の先端から被接合材料13・14の接合面に向けて、水蒸気が水分子ビーム42として噴射される。すると、図3-b)に示すように被接合材料13・14の第1表層が水酸基で覆われ、次に第2層がその水酸基と水素結合によって連結された水分子が表面を覆うようになる。

【0035】次に、水分子除去工程を行う。この工程は、プラズマビーム36、あるいはマイクロ波を被接合材料13・14の接合面に照射する。被接合材料13・14の接合面が水酸基と水分子でおおわれているとき、このプラズマビーム36、あるいはマイクロ波を接合面に照射すれば、プラズマのエネルギーによって被接合材料13・14の温度を上昇させることなく接合面の水分子は除去され、図3-c)に示すように水酸基のみが表面に残留する。これは、接合時に十分な接合強度を得るために行われる。すなわち、被接合材料13・14に高密度に水酸基を吸着させても、その状態を放置すれば被接合材料の表面は、真空槽11または水分子中の不純物によって短時間でおおわれ、接合時に十分信頼性の高い接合を行なうことは難しい。そこで、水酸基の活性度を維持するため、上述した水分子を除去する必要がある。ただし、これらの照射を長時間続けると被接合材料13・14の温度上昇が生じるから、この水分子除去工程は短時間で完了させる必要がある。また、水酸基の活性度を維持するために、この照射は接合を完了するまで続ける必要がある。なお、マイクロ波やプラズマのエネルギーは、被接合材料の水分子のみならず他の不純物原子の再吸着を防いで、



表面水酸基の活性度を長時間維持することになる。

【0036】そして被接合材料13・14の接合面吸着水酸基の活性度を維持した状態で、接合工程を行う。つまり、接合ホルダー12をレバー12Cでもって真空槽11の外部から操作し、被接合材料13・14の接合表面を密着させる（その機構は一例として図6に示してある）。すると、図3-d)に示すように接合面において、一方の被接合材料（13・14）面の水酸基の水素と、他方の被接合材料（13・14）面の酸素原子（水酸基の酸素、または被接合材料表面の酸素）との間に水素結合が発生し、被接合材料13・14の接合が完了する。このとき、あらかじめ被接合材料の表面を十分に平滑、または高い密着度にしておけば、きわめて低い加圧力、例えば0.5MPa程度で、信頼性の高い、十分な接合強度を有した接合を実現できる。これは、表面の密着度に応じて、水酸基（O-H）と酸素原子（O）との間の水素結合のボンド密度が増大するためである。

【0037】上述した水酸基吸着工程で、水酸基と同時に吸着した水分子をそのままにして被接合材料13・14を密着させても接合は可能であるが、接合界面に水分子が介在すると接合強度を減じるばかりでなく、信頼性を低下させることがある。それ故本実施例では水分子を除去するための機構が設けられている。

【0038】また、水分子噴射ノズル41を真空槽内に設けることにより、真空槽や排気ポンプを汚染することなく、必要にして十分な水酸基量を制御性よく被接合材料表面に噴射、吸着させることができる。

【0039】（第二実施例）次に、水酸基の吸着について他の実施例を説明する。上述した第一実施例では、被接合材料表面への水酸基の吸着は、水分子噴射ノズル41によって水分子を噴射し、その後水分子のみを除去して水酸基を表面に残留させる方法を取った。それに対し第二実施例では、水分子噴射ノズルから直接水酸基の形で噴射する構成とした。

【0040】これは図4に示すように、水分子噴射ノズル41を絶縁チューブ44によって電氣的に絶縁させるとともに、水分子噴射ノズル41に高周波あるいは直流のバイアス電源50を接続する構成とした（水酸化化手段）。すると高周波あるいは直流のバイアス電源50によって発生する電磁界によって、あるいはその電磁界が原因となって生じたプラズマのエネルギーによって、水分子噴射ノズル41の噴射口で水分子が分解され、直接水酸基ビーム45として被接合材料13・14表面に噴射することができる。なお、このとき被接合材料表面への不純物吸着による水酸基の不活性化を避けるために第一実施例のマイクロ波、あるいはプラズマビームを被接合材料表面に照射してもよい。なお、他の構成、接合方法などは、第一実施例と同様であるため説明は省略する。

【0041】本実施例のように、水分子噴射ノズル41に高周波あるいは直流電圧を印加し、その電磁界の効果

によって水分子を分解して水酸基の形で材料表面に吸着させれば、きわめて簡便に水酸基のみを材料表面に高密度に吸着させることが可能であり、真空排気系への負担も軽減することができる。

【0042】（第三実施例）また、第三実施例では、水酸基吸着手段として、図5に示すように、接合ホルダー12に高周波あるいは直流のバイアス電源50を接続する構成とした。この構成により、被接合材料13・14は接合ホルダー12を介して直接高周波あるいは直流電圧の電気エネルギーが印加される。よってその発生する電磁界あるいはその電磁界が原因となって生じたプラズマのエネルギーによって、被接合材料13・14表面に吸着している水分子を除去し、水酸基のみを残留吸着させることもできる。（水分子分解手段）

【0043】また本実施例の様に、直接、被接合材料に高周波あるいは直流電圧を印加して、その発生する電磁界の効果によって表面において水分子を分解除去し、水酸基のみを表面に残留吸着させる方法を取れば、装置構成はきわめて簡略化され接合コストを低減する事も期待できる。

【0044】（第四実施例）また、第一実施例～第三実施例では、被接合材料表面への水酸基吸着による活性化（水分子の除去）は、被接合材料の密着前に実施している。ところが、図6に示す第四実施例では、被接合材料を水分子を介して一旦密着した後に、水分子を除去し接合する例を示す。この場合には、水分子噴射ノズル41から被接合材料13・14へ水分子ビーム照射を照射後、水分子を除去せずに、接合ホルダー12を作動させて接合面を密着させる。すると被接合材料13・14は水分子を介した水素結合で一旦密着する。この状態で被接合材料13・14に高周波、あるいは直流のバイアス電源50から給電し、その発生する電磁界の効果によって、被接合材料表面から水分子を除去し、結果として接合面において水酸基と酸素原子との水素結合を多数生ぜしめて接合する。

【0045】本第四実施例は、一旦水酸基と水分子を表面に吸着させたのち、この状態にある2つの材料どうしを水分子を介して密着させ、その後に被接合材料に高周波あるいは直流電圧等を印加して、その発生する電磁界の効果によって界面から水分子を分解除去して前記水酸基と酸素原子との水素結合を界面に形成させて接合させるので、界面水分子の常温脱離、接合強化を接合と別工程で実施することも可能となり接合製品に応じたプロセス選択の幅を広げることも可能となる。

【0046】（第五実施例）また水酸基吸着手段として、図7に示す構成のように、イオン源21に直接、純水ボトル43からの水蒸気を導入し、適度なエネルギー（電圧にして50～1000V程度）で照射して水分子をイオン化し、被接合材料13・14の表面に水酸基を化学吸着させる方法でもよい。水酸基吸着後は、そのまま接合ホルダー12によって密着させ、他の実施例等と同様な種々

な方法で接合させる。さらに、被接合材料が加熱しても構わないものであれば、密着後にそのまま真空槽11内で適度な温度で加熱して、接合面必埋めん表面の水酸基上にある余分な水分子を除去して密着性を向上させ、接合面積を増やしてもよい。

【0047】なおこの時、水蒸気と同時に、イオン源21内にアルゴン等の不活性ガスを図7の不活性ガス供給手段23によって適当な分圧で導入し、被接合材料13・14の表面の清浄化と、水酸基の吸着を同時に行って、水酸基の吸着効率を高めることもできる。さらに、被接合材料がセラミックスなどの絶縁材料の場合は、イオン源21のイオン引き出し口においてフィラメントを点灯し、フィラメントからの電子でイオンを中和させる、いわゆるニュートライザ機構（図示しない）を利用して水酸基吸着効率を高めてもよい。

【0048】（第六実施例）あるいは上記に述べてきたような方法で水酸基を吸着させた後、一旦真空槽11から取り出し、クリーンな大気中で、図8のような別の接合治具60にて密着させ、この状態で別の図9に示すような熱処理槽70内で一定時間、適度な温度で加熱して、接合表面の水酸基上に吸着している水分子を除去して、密着性を向上させてもよい。この熱処理槽70は真空槽11であってもよく、この界面の水分子の脱離は加熱による方法ばかりでなく、種々の方法で実施してもよい。

【0049】上述の実施例では、被接合材料13・14として、アルミニウム(Al)・シリコン(Si)を用いたが、被接合材料としては水酸基を吸着させることが可能な材料であれば、他の材料についても適用可能である。すなわち、被接合材料としては、酸素に対して親和性を有する、言い替えると表面に酸化層が形成される材料であれば、すべて上記の工程によって水酸基を表面に吸着させることが可能である。他例として、硬度のある物が何らかの理由でほとんど塑性変形を受けずに破損した場合にそれを再び接合させようとする場合、接合面の密着性が保たれているならば上述の方法で直接接合ができ、修復技術としても役立つ。

【0050】また上述の実施例では、被接合材料13・14の両面に水酸基を吸着させたが、必要により、一方のみの被接合材料表面に吸着させて、他方の被接合材料表面は清浄化するのみでもよい場合もある。

【0051】その他、水酸基吸着手段は電磁界を利用するものにとどまらず、磁界や超音波など本発明の要旨を逸脱しない範囲内で種々の方法が可能である。また真空の程度も、イオンビーム等を効率よく照射できて清浄化されるとともに水酸基のみを吸着でき、汚染される間もなく接合できるように工夫された本発明の装置ならば低真空、大気圧程度（負圧）であってもかまわない。接合手段の機構についても図に示した以外に自動的な機構で

あっても良い。

【0052】

【発明の効果】以上の説明から明らかなように、本発明は、被接合材料の表面を清浄化して、真空雰囲気中で8接合材料の表面に水酸基（OH基）を残留吸着させ、2つの被接合材料を密着させると、一方の被接合材料に吸着した水酸基の水素と他方の被接合材料の表面の酸素（水酸基の酸素、または酸化物の酸素）とが水素結合し、被接合材料どうしを強固に接合させることができる。

【0053】このように、水酸基を被接合材料の表面吸着させることで、接合界面での水酸基と酸素との水素結合のボンド密度を増大させ、常温・低加圧力で、しかも非加熱で信頼性の高い接合を容易に実現することができ、熱的、機械的に脆弱な機能的部品等を接合することなどに応用できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第一実施例を示す真空槽を有する材料直接接合装置全体の断面図。

【図2】接合ホルダー付近の拡大模式構造図。

【図3】本発明の接合原理を示す接合モデル概念図。

【図4】本発明の第二実施例を示す真空接合装置全体の模式断面図。

【図5】本発明の第三実施例を示す真空接合装置全体の模式断面図。

【図6】本発明の第四実施例を示す真空接合装置全体の模式断面図。

【図7】本発明の第五実施例を示す真空接合装置全体の模式断面図。

【図8】本発明の第六実施例を示す圧力接合治具の模式図。

【図9】熱処理槽を用いる例を示す模式図。

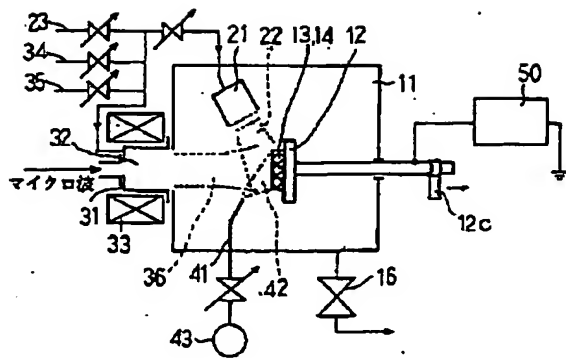
【図10】従来のSiウエハ直接接合において提唱されている接合モデル概念図。

【符号の説明】

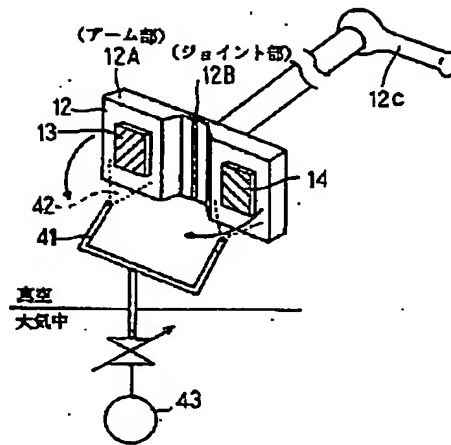
- 11 真空槽
- 12 接合ホルダー
- 13、14 被接合材料
- 21 イオン源
- 23 不活性ガス供給手段
- 31 プラズマ生成源
- 33 電磁コイル
- 34、35 反応性ガス供給手段
- 41 水分子噴射ノズル
- 43 純水ボトル
- 44 絶縁チューブ
- 50 バイアス電源
- 60 加熱処理槽



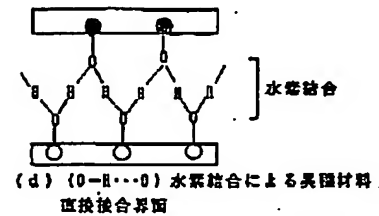
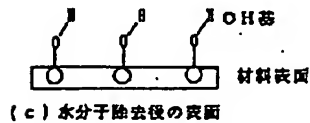
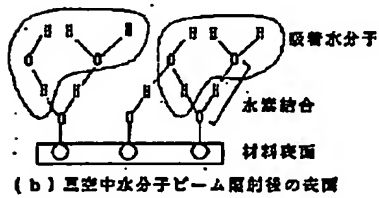
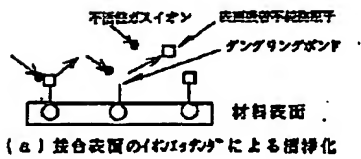
【図1】



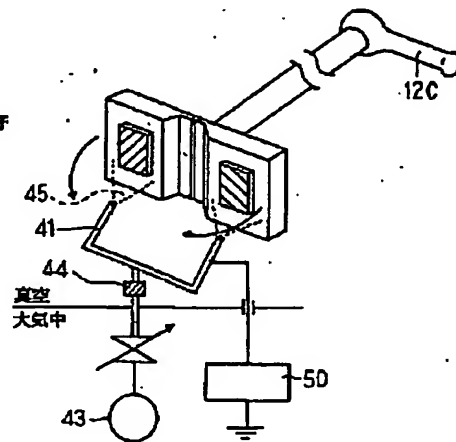
【図2】



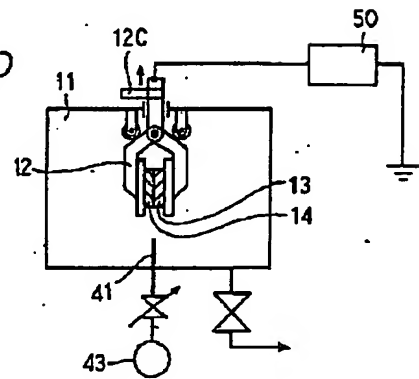
【図3】



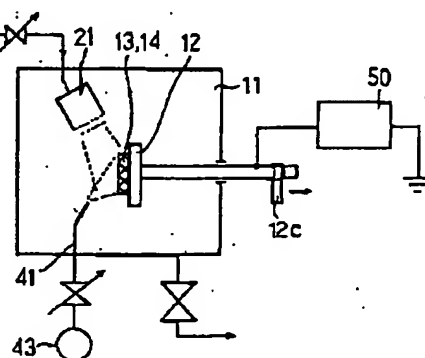
【図4】



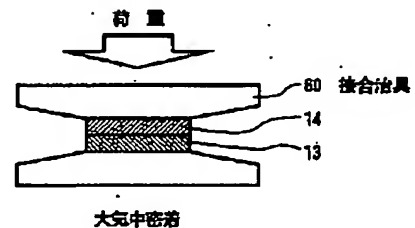
【図6】



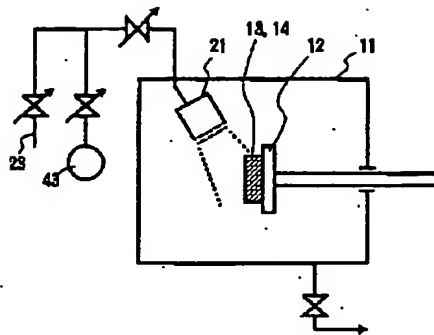
【図5】



【図8】

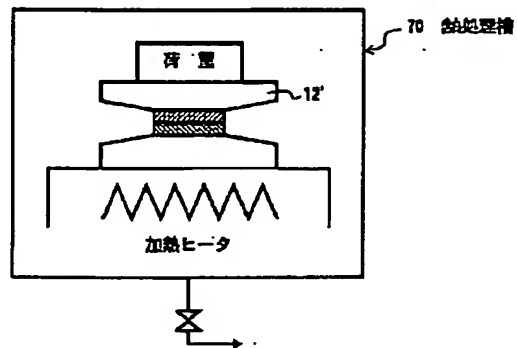


【図7】

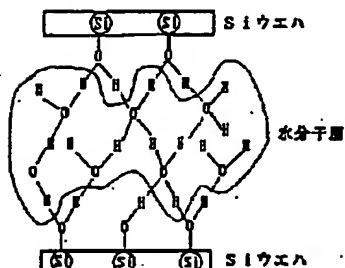


- 11 … 真空炉  
 12 … 接合ホルダー  
 13, 14 … 被接合材料  
 21 … イオン源  
 43 … 純水ポトル  
 23 … 不活性ガス供給手段

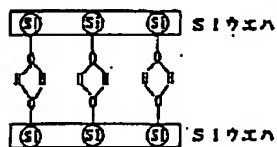
【図9】



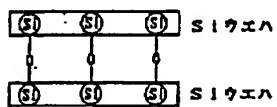
【図10】



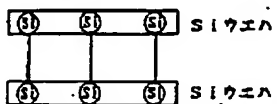
(a) 水分子を介してSiウエハを常温密着



(b) 200℃以上で界面から水分子が脱離  
OH基同士で水素結合



(c) 700℃以上で脱水結合しSi-O-Si結合



(d) 1000℃以上で酸素が脱離しSi-Si共有結合  
によるSiウエハ直接接合が完了

フロントページの続き

(51) Int. Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 L 21/20		8122-4M		

(72) 発明者 服部 正  
愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 日本電  
装株式会社内